

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-136174

(43)Date of publication of application : 11.05.1992

(51)Int.Cl.

C23C 16/30
B23B 27/14
B23P 15/28
C23C 14/02
C23C 14/06
C23C 16/02

(21)Application number : 02-258281

(71)Applicant : MITSUBISHI MATERIALS CORP

(22)Date of filing : 27.09.1990

(72)Inventor : TAKANO TOSHIYUKI
TERAO YUICHIRO

(54) PRODUCTION OF SURFACE-COATED CERAMIC CUTTING TOOL EXCELLENT IN ADHESION OF HARD COATING LAYER

(57)Abstract:

PURPOSE: To improve the adhesion of a hard coating layer to a cutting tool base body by cutting the surface of an Si₃N₄ or Sialon-based ceramic cutting tool, heating the tool to a specified temp. in an N₂-contg. atmosphere and then forming the hard coating layer.

CONSTITUTION: The surface of a base body formed with a Sialon or Si₃N₄-based ceramic is cut, and then the hard coating layer of the carbide, nitride, carbonitride and carbo-nitroxide of Ti and Si, the oxide and oxynitride of Al. etc., is formed by chemical or physical vapor deposition. In this case, the base body is previously heated and kept at 1050-1400°C in a nitrogen-contg. atmosphere to reform its surface, the vitreous phase constituting the binder phase is crystallized, the hard coating layer is formed on the base body surface by vapor deposition, and a surface-coated ceramic cutting tool excellent in adhesion of the hard coating layer is produced.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than

the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 04136174
PUBLICATION DATE : 11-05-92

APPLICATION DATE : 27-09-90
APPLICATION NUMBER : 02258281

APPLICANT : MITSUBISHI MATERIALS CORP;

INVENTOR : TERAU YUICHIRO;

INT.CL. : C23C 16/30 B23B 27/14 B23P 15/28 C23C 14/02 C23C 14/06 C23C 16/02

TITLE : PRODUCTION OF SURFACE-COATED CERAMIC CUTTING TOOL EXCELLENT IN ADHESION OF HARD COATING LAYER

ABSTRACT : PURPOSE: To improve the adhesion of a hard coating layer to a cutting tool base body by cutting the surface of an Si_3N_4 or Sialon-based ceramic cutting tool, heating the tool to a specified temp. in an N_2 -contg. atmosphere and then forming the hard coating layer.

CONSTITUTION: The surface of a base body formed with a Sialon or Si_3N_4 -based ceramic is cut, and then the hard coating layer of the carbide, nitride, carbonitride and carbo-nitroxide of Ti and Si, the oxide and oxynitride of Al. etc., is formed by chemical or physical vapor deposition. In this case, the base body is previously heated and kept at 1050-1400°C in a nitrogen-contg. atmosphere to reform its surface, the vitreous phase constituting the binder phase is crystallized, the hard coating layer is formed on the base body surface by vapor deposition, and a surface-coated ceramic cutting tool excellent in adhesion of the hard coating layer is produced.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平4-136174

⑤ Int. Cl.³

C 23 C 16/30
B 23 B 27/14
B 23 P 15/28
C 23 C 14/02
14/06
16/02

識別記号

A
A

庁内整理番号

8722-4K
7632-3C
8709-3C
9046-4K
9046-4K
8722-4K

④ 公開 平成4年(1992)5月11日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑥ 発明の名称 硬質被覆層の密着性にすぐれた表面被覆セラミックス製切削工具の製造法

⑭ 特 願 平2-258281

⑮ 出 願 平2(1990)9月27日

⑦ 発 明 者 高 野 俊 行 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱金属株式会社中央研究所内
⑦ 発 明 者 寺 尾 雄 一 郎 東京都品川区西品川1-27-20 三菱金属株式会社東京製作所内
⑦ 出 願 人 三菱マテリアル株式会社 東京都千代田区大手町1丁目6番1号
⑦ 代 理 人 弁理士 富田 和夫 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

硬質被覆層の密着性にすぐれた表面被覆
セラミックス製切削工具の製造法

2. 特許請求の範囲

(1) 窒化けい素セラミックスまたはサイアロン
基セラミックスで構成され、かつ表面研削された
基体に、

窒素含有雰囲気中、1050～1400℃の温度に加熱
保持、
の条件で基体表面改質熱処理を施した後、通常の
条件で硬質被覆層を蒸着形成することと特徴とす
る硬質被覆層の密着性にすぐれた表面被覆セラ
ミックス製切削工具の製造法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明は、窒化けい素(以下 Si_3N_4 で示す)基セラミックスまたはサイアロン基セラミックスで構成された基体の表面に蒸着形成される硬質被覆層の前記基体表面に対する密着性のすぐれた表面被覆セラミックス製切削工具の製造法に関するものである。

(従来の技術)

従来、例えば特公昭63-48835号公報に記載される通り、

組成式： $M_x (Si, Al)_2 (O, N)_{16}$

(ただし、 $0 < x \leq 2$ 、MはY、Mg、希土類元素、Ca、Li、およびNaのうちの1種または2種以上を示す)、

で表わされる α サイアロンや、同じく、

組成式： $Si_{6-2} Al_2 O_2 N_{8-2}$

(ただし、 $0 < z \leq 4.3$)、

で表わされる β アイアロン、さらに、 Si_3N_4 を主成分とし、いずれも全体に占める割合で(以下%は重量%を示す)、

結合相形成成分として、上記Mに含まれる元素

のうちの1種以上と、Si および/またはAl との酸窒化物（以下、 $M - (Si, Al) - O - N$ 系化合物で示す）で構成されたガラス相：1～20%、を含有し、さらに必要に応じて、

分散相形成成分として、例えばTi, Zr, Hf, Si, およびAl の炭化物および窒化物、並びにこれらの2種以上の固溶体のうちの1種以上：1～35%、

を含有してなるサイアロン基セラミックスまたは Si_3N_4 基セラミックスで構成された基体に、表面研削を施した後、通常の化学蒸着法（CVD法）あるいは物理蒸着法（PVD法）を用いて、

例えばTi およびSi の炭化物、窒化物、炭窒化物、および炭窒酸化物、並びにAl の炭化物および酸窒化物のうちの1種の単層または2種以上の複層からなる硬質被覆層、

を0.5～10 μ mの平均層厚で蒸着形成することにより表面被覆セラミックス製切削工具を製造する方法が知られており、またこれらの表面被覆セラミックス製切削工具が鋳鉄の切削によく用いられ

ることも知られている。

〔発明が解決しようとする課題〕

一方、近年の切削機械のFA化およびNC化の進展はめざましく、これに伴ない、切削工具にもより長い使用寿命が要求されているが、上記の従来表面被覆セラミックス製切削工具においては、基体表面に対する硬質被覆層の密着性が十分でないために、実用に際して剥離が生じ易く、この剥離が原因で比較的短時間の使用寿命しか示さないのが現状である。

〔課題を解決するための手段〕

そこで、本発明者等は、上述のような観点から、上記の従来表面被覆セラミックス製切削工具に着目し、基体表面に対する硬質被覆層の密着性向上をはかるべく研究を行なった結果、

(a) 従来表面被覆セラミックス製切削工具において、これを構成する硬質被覆層が基体表面に対して十分な密着性を示さないのは、基体が結合相形成成分として含有する $M - (Si, Al) - O - N$ 系化合物からなるガラス相に原因があり、この

ガラス相と硬質被覆層の密着性はきわめて悪く、実質的に硬質被覆層の密着性は主成分たるサイアロンあるいは Si_3N_4 によって確保されているといってもよいこと。

(b) しかし、上記表面被覆セラミックス製切削工具の製造に際して、硬質被覆層の蒸着形成前に、基体に、表面研削を施した状態で、

窒素含有雰囲気中、1050～1400℃の温度に加熱保持、

の条件で熱処理を施すと、粒界に存在する非品質のガラス相が雰囲気中の窒素と反応して結晶化するようになり、このように結晶化した結合相の硬質被覆層に対する密着性はきわめて高いものであるから、基体表面に対する硬質被覆層の密着性が一段と向上するようになり、切削に際して、硬質被覆層の剥離が著しく抑制され、長期に亘ってすぐれた切削性能を発揮するようになること。

以上(a)および(b)に示される研究結果を得たのである。

したがって、この発明は、上記研究結果のもと

づいてなされたものであって、

サイアロン基セラミックスまたは Si_3N_4 基セラミックスで構成された基体の表面に、通常のCVD法またはPVD法を用い、硬質被覆層を形成するに先立って、基体表面を研削した状態で、

窒素含有雰囲気中、1050～1400℃の温度に加熱保持、

の条件で基体表面改質熱処理を施して、基体表面部の結合相を構成するガラス相を結晶化し、この状態の基体表面に硬質被覆層を蒸着形成することにより硬質被覆層の密着性にすぐれた表面被覆セラミックス製切削工具を製造する方法に特徴を有するものである。

なお、この発明の方法において、熱処理の加熱温度を1050～1400℃と定めたのは、1050℃未満の温度では、ガラス相の結晶化が十分に行なわれず、この結果硬質被覆層に所望の密着性向上効果が得られず、一方1400℃を越えた温度になると、基体の主成分であるサイアロンや Si_3N_4 に分解反応が起り、工具の強度が低下するようになるとい

う理由によるものである。

(実施例)

つぎに、この発明の方法を実施例により具体的に説明する。

原料粉末として、平均粒径:0.8 μ mの α - Si_3N_4 粉末、同 0.5 μ mの Al_2O_3 粉末、同 1.2 μ mの AlN 粉末、同 1.2 μ mの Y_2O_3 粉末、同 0.5 μ mの ZrO_2 粉末、同 0.5 μ mの MgO 粉末、および同 1.5 μ mの TiN 粉末を用い、これら原料粉末を所定の配合組成に配合し、ボールミルにて8時間湿式混合し、乾燥した後、圧粉体にプレス成形し、この圧粉体を1気圧の N_2 雰囲気中、温度:1750℃に2時間保持の条件で焼結して第1表に示される組成をもった α サイアロン基セラミックス、 β サイアロン基セラミックス、および Si_3N_4 基セラミックスで構成された基体をそれぞれ成形し、これらの基体に研削を施して寸法調整した後、同じく第1表に示される条件で基体表面改質熱処理を施し、引続いてこれらの基体の表面に、CVD法を用い、通常の条件で第1表に示される組成

| 種 別 | 基 体 の 成 分 組 成 (重量%) | | | 基 体 表 面 改 質 熱 処 理 | | | 硬 質 被 覆 層 | | | | | | 切削工 具の切 削時間 (分) |
|------|------------------------|--------------------------------|-----------------------------|--|------------|-----------------|---------------|-------------------|-------------------------|-------------------|-------------------------|-------------------|--------------------------|
| | 結 合 相 | 分散相 | 主 成 分 | 雰 囲 気 | 温 度 (℃) | 保 持 時 間 (時間) | 組 成 | 層 厚 (μ m) | 組 成 | 層 厚 (μ m) | 組 成 | 層 厚 (μ m) | |
| 本発明法 | 1 | Mg-Si-O-N 化合物:7% | Si_3N_4 : 鉄 | 1気圧の N_2 | 1050 | 5 | TiCN | 1 | TiC | 5 | TiN | 0.5 | 15 |
| | 2 | | | 1気圧の(N_2 + 10% H_2) | 1200 | 1 | TiCN | 1 | TiC | 5 | TiN | 0.5 | 17 |
| | 3 | | | 0.5気圧の N_2 | 1200 | 5 | TiN | 5 | - | - | - | - | 20 |
| | 4 | | | 0.5気圧の N_2 | 1400 | 0.5 | SiCN | 1 | SiC | 2 | TiN | 0.5 | 17 |
| 従来法 | 1 | | | - | - | - | TiCN | 1 | TiC | 5 | TiN | 0.5 | 5 |
| 本発明法 | 5 | Y-Si-Al-O-N 化合物:4% | β サイアロン: 鉄 | 1気圧の N_2 | 1050 | 5 | TiN | 3 | - | - | - | - | 14 |
| | 6 | | | 1気圧の(N_2 + 10% H_2) | 1200 | 1 | TiN | 3 | - | - | - | - | 16 |
| | 7 | | | 0.5気圧の N_2 | 1200 | 3 | TiN | 3 | TiCN | 2 | Al_2O_3 | 2 | 22 |
| | 8 | | | 0.5気圧の N_2 | 1400 | 0.5 | TiN | 3 | TiCN | 2 | Al_2O_3 | 2 | 16 |
| 従来法 | 2 | | | - | - | - | TiN | 3 | TiCN | 2 | Al_2O_3 | 2 | 4 |
| 本発明法 | 9 | Y-Al-O-N 化合物:5% | α サイアロン: 鉄 | 1気圧の(N_2 + 50% Ar) | 1050 | 5 | AlON | 1 | Al_2O_3 | 3 | - | - | 14 |
| | 10 | | | 1気圧の(N_2 + 50% Ar) | 1200 | 1 | TiCN | 1 | Al_2O_3 | 3 | TiN | 0.5 | 16 |
| | 11 | | | 0.5気圧の N_2 | 1200 | 3 | TiCN | 1 | Al_2O_3 | 3 | TiN | 0.5 | 22 |
| | 12 | | | 0.5気圧の N_2 | 1400 | 1 | TiCN | 1 | Al_2O_3 | 3 | TiN | 0.5 | 17 |
| 従来法 | 3 | | | - | - | - | TiCN | 1 | Al_2O_3 | 3 | TiN | 0.5 | 4 |

第 1 表

および層厚の硬質被覆層を形成することにより本発明法1～12を実施し、それぞれJIS・SNG N120412の形状をもった表面被覆セラミックス製切削工具を製造した。

また、比較の目的で、基体表面改善熱処理を行わない以外は同一の条件で従来法1～3を実施し、表面被覆セラミックス製切削工具を製造した。

つぎに、この結果得られた各種の表面被覆セラミックス製切削工具について、

被 削 材：鋳鉄（FC25）の丸棒、

切削速度：350m/min、

送 り：0.2mm/rev、

切 込 み：1.5mm、

の条件で鋳鉄の乾式連続高速切削試験を行ない、使用寿命に至るまでの切削時間を測定した。これらの測定結果を第1表に示した。

〔発明の効果〕

第1表に示される結果から、本発明法1～12によれば、硬質被覆層の密着性にすぐれ、したがって硬質被覆層が摩耗消滅（正常摩耗）して使用寿

命に至るまで長い切削時間を示す表面被覆セラミックス製切削工具を製造することができ、一方従来法1～3で製造された表面被覆セラミックス製切削工具では、基体に結合相形成成分として存在するM・（Si,Al）-O・N系化合物からなるガラス相が基体表面に対する硬質被覆層の密着性を阻害することから、比較的短時間で硬質被覆層に剥離が発生し、これが原因で使用寿命に至ることが明らかである。

上述のように、この発明の方法によれば、基体表面に対する硬質被覆層の密着性にすぐれた表面被覆セラミックス製切削工具を製造することができ、したがってこれを実用に供した場合には、長期に亘ってすぐれた切削性能を発揮し、切削機械のFA化やNC化にも十分対応することができるなど工業上有用な効果がもたらされるのである。

出 願 人：三 菱 金 属 株 式 会 社

代 理 人：富 田 和 夫 外1名